

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-309916

(43) 公開日 平成9年(1997)12月2日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 F 8/00			C 0 8 F 8/00	
2/32			2/32	
C 0 8 J 3/12	C E S		C 0 8 J 3/12	C E S Z
3/24	C E S		3/24	C E S Z
// C 0 8 L 33:02				

審査請求 有 請求項の数 4 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平9-10566
 (62) 分割の表示 特願平1-163805の分割
 (22) 出願日 平成1年(1989)6月28日

(31) 優先権主張番号 特願昭63-164940
 (32) 優先日 昭63(1988)7月4日
 (33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000004628
 株式会社日本触媒
 大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号

(72) 発明者 木村 和正
 大阪府吹田市西御旅町5番8号 日本触媒
 化学工業株式会社中央研究所内

(72) 発明者 長砂 欣也
 大阪府吹田市西御旅町5番8号 日本触媒
 化学工業株式会社中央研究所内

(72) 発明者 角永 憲資
 大阪府吹田市西御旅町5番8号 日本触媒
 化学工業株式会社中央研究所内

(74) 代理人 弁理士 松本 武彦

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 吸水性樹脂の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 吸水倍率、吸水速度、吸引力、ゲル強度等に優れ、かつ、これら吸水特性間のバランスに優れるとともに、水可溶成分の溶出が少なく、衛生材料等として好適な吸水性樹脂を得る方法を提供する。

【解決手段】 この吸水性樹脂の製造方法は、水溶性エチレン性不飽和単量体を水溶液重合させて得られる含水ゲル状重合体を乾燥、粉碎、分級して、平均粒径が100～600 μ m、粒径分布が対数標準偏差値 $\sigma \leq 0.35$ 以下の重合体粉体とし、該重合体粉体の表面を架橋処理するものである。

【特許請求の範囲】

【請求項1】水溶性エチレン性不飽和単量体を水溶液重合させて得られる含水ゲル状重合体を乾燥、粉碎、分級して、平均粒径が100～600 μ m、粒径分布が対数標準偏差値 σ と0.35以下の重合体粉体とし、該重合体粉体の表面を架橋処理することを特徴とする吸水性樹脂の製造方法。

【請求項2】前記重合体粉体の含水率は10重量%未満である請求項1に記載の吸水性樹脂の製造方法。

【請求項3】前記重合体粉体の表面の架橋処理が、前記重合体粉体を架橋剤と混合した後、40～250℃で加熱することにより行われる請求項1または2に記載の吸水性樹脂の製造方法。

【請求項4】前記架橋剤を水および親水性有機溶剤と混合してなる処理溶液の形で用い、該処理溶液中の架橋剤、水および親水性有機溶剤の配合割合を、前記重合体粉体に対してそれぞれ0.005～20重量%、0.1～5重量%、0.01～6重量%とする請求項3に記載の吸水性樹脂の製造方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】本発明は、吸水性樹脂を製造する方法に関するものであり、更に詳しくは、特定範囲の平均粒径を有し、かつ、粒径分布の狭い表面が均一に改質された吸水性樹脂、特に、吸水倍率、吸水速度、吸引力、ゲル強度等に優れ、かつ、これら吸水特性間のバランスに優れるとともに、水可溶性の樹脂（以下、水可溶成分という。）の溶出の少ない、衛生材料等として好適な吸水性樹脂の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、生理綿、紙おむつその他の体液を吸収する衛生材料の吸収体として吸水性樹脂を用いる試みがなされている。このような吸水性樹脂としては、たとえば、デンブナーアクリロニトリルグラフト重合体の加水分解物（特公昭49-43395号公報）、デンブナーアクリル酸グラフト重合体の中和物（特開昭54-125468号公報）、酢酸ビニルアクリル酸エステル共重合体のケン化物（特開昭52-14689号公報）、アクリロニトリル共重合体もしくはアクリルアミド共重合体の加水分解物（特公昭53-15959号公報）、または、これらの架橋体やポリアクリル酸部分中和物架橋体（特開昭55-84304号公報）等がある。

【0003】ところで、吸水性樹脂に望まれる特性としては、水性液体に接した際の高い吸水倍率や優れた吸水速度、含水膨潤ゲルの高いゲル強度、水性液体を含んだ基材から水を吸い上げるための優れた吸引力等が挙げられる。これらの吸水特性は、従来、バランスを欠いていた。すなわち、これらの特性間の関係は必ずしも正の相関を示さず、特に、吸水倍率と、吸水速度、ゲル強度お

よび吸引力とは相反する関係にあり、吸水倍率の高いもの程、他の諸物性が低下してしまうという傾向があった。また、吸水倍率の高いものの中には、水性液体に接した場合にいわゆる”ママコ”を形成してしまい、吸水性樹脂粒子全体に水が拡散せず、吸水速度が極端に低下するというものもあった。また、吸水性樹脂に含まれる前記水可溶成分は、これらの吸水性樹脂を衛生材料の吸収体中等に使用する場合、吸収体の吸収量や吸収体中の液の拡散等に影響を与える成分であるが、高い吸水倍率を持つ吸水性樹脂程、水可溶成分溶出量が多く、衛生材料として好適に使用できないという問題が生じていた。

【0004】上記特性をバランスよく改良する方法としては、得られた吸水性樹脂の表面を架橋して、該吸水性樹脂自体が有する吸水倍率を損なうことなく、吸水速度等の性能を改良する方法が提案されている。たとえば、吸水性樹脂を水の存在下、親水性有機溶剤または疎水性有機溶剤中に分散させ、架橋剤（水溶液）を加えて反応させる方法（特公昭61-48521号公報、同昭60-18690号公報）や、吸水性樹脂粉体に架橋剤または架橋剤を含む液状混合物を混合して加熱処理する方法（特開昭58-180233号公報、同昭59-189103号公報、同昭61-169903号公報）等である。この場合、架橋剤の吸水性樹脂表面への均一分散と表面近傍への適度な浸透が重要であり、かつ、そのプロセスが工業的に有利なものであることが好ましい。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】ところが、上記従来の改良方法は2つともその点で問題があった。これら2つの改良方法のうちの前者、すなわち、吸水性樹脂粉体を溶剤中に分散させて架橋反応を行わせる方法では、多量の溶剤を必要とし、その回収プロセス等が工業的に不利である。特に、疎水性有機溶剤中で行う場合には、架橋剤の樹脂表面への分布が不均一になりやすく、そのため、表面の架橋も不均一になりやすい。一方、後者、すなわち、吸水性樹脂粉体と架橋剤を含む液状混合物とを混合して加熱処理する方法は、工業的には非常に有利な方法であるが、吸水性樹脂粉体の粒径が小さい場合や、その粒径分布が広い場合には、該吸水性樹脂粉体に混合する前記液状混合物の組成によっては粉体同士が会合して大きな塊を生じ、均一な表面の架橋が施されにくい場合があった。さらに、これらの処理を行うことにより、吸水速度、吸引力等の物性はある程度改善できるものの、まだ不十分であり、特に、水可溶成分溶出の防止はほとんどなされていなかった。

【0006】このように吸水性樹脂の吸水諸物性をバランスよく改良する上では充分満足できる方法は、これまでなかったのである。そこで、本発明の課題は、吸水倍率、吸水速度、吸引力、ゲル強度等に優れ、かつ、これら吸水特性間のバランスに優れるとともに、水可溶成分の溶出が少なく、衛生材料等として好適な吸水性樹脂を

得る方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明に係る吸水性樹脂の製造方法は、水溶性エチレン性不飽和単量体を水溶液重合させて得られる含水ゲル状重合体を乾燥、粉碎、分級して、平均粒径が $100\sim600\mu\text{m}$ 、粒径分布が対数標準偏差値 σ と0.35以下の重合体粉体とし、該重合体粉体の表面を架橋処理することを特徴とする。

【0008】該重合体粉体の含水率は10重量%未満であることが好ましい。該重合体粉体の表面の架橋処理は、前記重合体粉体を架橋剤と混合した後、 $40\sim250^{\circ}\text{C}$ で加熱することにより行われることが好ましい。該架橋剤は、水および親水性有機溶剤と混合してなる処理溶液の形で用い、該処理溶液中の架橋剤、水および親水性有機溶剤の配合割合を、前記重合体粉体に対してそれぞれ0.005～20重量%、0.1～5重量%、0.01～6重量%となるようにすることが好ましい。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明に用いる重合体を構成する水溶性エチレン性不飽和単量体の例としては、アクリル酸、メタクリル酸、2-(メタ)アクリロイルエタンスルホン酸、2-(メタ)アクリロイルプロパンスルホン酸、2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、ビニルスルホン酸、スチレンスルホン酸等のアニオン性単量体やその塩；(メタ)アクリルアミド、N-置換(メタ)アクリルアミド、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、メトキシポリエチレングリコール(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコール(メタ)アクリレート等のノニオン性親水基含有単量体；N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、N,N-ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド等のカチオン性単量体やその4級化物等を挙げることができ、これらの1種または2種以上の混合物を使用することができる。好ましくは、アクリル酸、メタクリル酸、2-(メタ)アクリロイルエタンスルホン酸、2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸およびそれらの塩、N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレートおよびその4級化物、メトキシポリエチレングリコール(メタ)アクリレートならびに(メタ)アクリルアミドからなる群より選ばれた1種または2種以上のものである。単量体水溶液中の単量体濃度は、一般に、広い範囲に渡って可変であるが、20重量%以上～飽和濃度までが望ましい。

【0010】本発明において、含水ゲル状重合体は、架橋剤を用いない自己架橋型のものや、重合時に2個以上の重合性不飽和基や反応性官能基を有する架橋剤を少量共重合させたものであってもよい。これらの架橋剤の例

としては、重合性不飽和基を有するものとしては、たとえば、N,N'-メチレンビス(メタ)アクリルアミド、N-メチロール(メタ)アクリルアミド、(ポリ)エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、(ポリ)プロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、グリセリントリ(メタ)アクリレート、グリセリンアクリレートメタクリレート、(メタ)アクリル酸多価金属塩、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、トリアリルアミン、トリアリルシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、トリアリルホスフェート、グリシジル(メタ)アクリレート、反応性官能基を有するものとしては、たとえば、不飽和単量体がカルボキシル基を有する場合には、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ポリエチレングリコール、グリセリン、ポリグリセリン、プロピレングリコール、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、ポリオキシプロピレン、オキシエチレンオキシプロピレンブロック共重合体、ペンタエリスリトール、ソルビトール等の如き多価アルコール類；エチレングリコールジグリシジルエーテル、ポリエチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセロールポリグリシジルエーテル、ジグリセロールポリグリシジルエーテル、ポリグリセロールポリグリシジルエーテル、ソルビトールポリグリシジルエーテル、ペンタエリスリトールポリグリシジルエーテル、プロピレングリコールジグリシジルエーテル、ポリプロピレングリコールジグリシジルエーテル等の如き多価グリシジル化合物類；2,2-ビス(ヒドロキシメチル)プロパノールトリス〔3-(1-アジリジニル)プロピオネート〕、1,6-ヘキサメチレンジエチレンウレア、ジフェニルメタン-ビス-4,4'-N,N'-ジエチレンウレア等の如き多価アジリジン類；エピクロロヒドリン、 α -メチルクロロヒドリン等の如きハロエポキシ化合物類；グルタルアルデヒド、グリオキサール等の如き多価アルデヒド類；エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ペンタエチレンヘキサミン、ポリエチレンジイミン等の如き多価アミン類；2,4-トルイレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート等の如き多価イソシアネート類；塩化アルミニウム、塩化マグネシウム、塩化カルシウム、硫酸アルミニウム、硫酸マグネシウム、硫酸カルシウム等の如き多価金属塩類；等を例示することができる。反応性等を考慮した上で、これらの架橋剤は2種以上混合して使用してもよいが、通常、重合性不飽和基を有する架橋剤を必須成分として用いたものがより好ましい。これらの架橋剤の使用量は、一般に、水溶性エチレン性不飽和単量体に対して0.01～1.0モル%程度である。

【0011】本発明の重合を実施する際のラジカル重合開始剤としては、当該分野に常用されるものであれば制

限なく使用することができるが、特に、水溶性のものが好ましい。具体的には、たとえば、過硫酸カリウム、過硫酸ナトリウム、過硫酸アンモニウム等の過硫酸塩；過酸化水素、 α -ブチルハイドロパーオキシド、クメンハイドロパーオキシド等のハイドロパーオキシド；2, 2'-アゾビス-2-アミジノプロパン二塩酸塩等のアゾ化合物等が挙げられる。これらの重合開始剤は2種以上混合して使用することも可能であり、さらには、亜硫酸塩、1-アスコルビン酸、第2鉄塩等の還元剤との組み合わせによるレドックス系開始剤を用いることもできる。

【0012】本発明に用いることのできる重合体粉体を得るためには、公知の方法で行った水溶液重合により得られた含水ゲルを乾燥、粉碎、分級して、平均粒径が $100 \sim 600 \mu\text{m}$ 、粒径分布が対数標準偏差値 $\sigma \leq 0.35$ 以下になるように調整する。好ましい平均粒径や粒径分布は、その用途に応じて異なるが、たとえば衛生材料に用いる場合には、平均粒径としては $150 \sim 600 \mu\text{m}$ が好ましく、 $150 \sim 400 \mu\text{m}$ がさらに好ましい。また、粒径分布も対数標準偏差値 $\sigma \leq 0.30$ 以下に調整することが好ましい。なお、対数標準偏差値 σ とは、粒径分布を対数確率紙にプロットした場合、その分布の均一性を表す指標となるものである。

【0013】本発明の製造方法は、上述した方法に基づいて得られた特定範囲の平均粒径を有し、かつ、粒径分布の狭い重合体粉体を従来公知の方法で表面処理することにより、重合体表面を均一に改質するものである。表面処理のより好ましい方法としては、含水率10重量%未満になるまで乾燥した重合体粉体を該重合体粉体中の官能基に対して反応性を有する基を分子内に2個以上有する架橋剤0.005～20重量%（対重合体粉体）と混合した後、加熱反応させ、該重合体粉体の表面近傍を均一に架橋させるものである。架橋剤と重合体粉体の混合時、水および親水性有機溶剤を含んでいてもよい。

【0014】この表面架橋処理（工程）を行うに当たり、その処理条件を下記特定のものに選べば処理効果を優れたものとし、プロセス的にも有利にすることができる。すなわち、含水率10重量%未満の重合体粉体を、架橋剤、水および親水性有機溶剤を該重合体粉体に対してそれぞれ0.005～20重量%、0.1～5重量%、0.01～6重量%となる量で含む処理溶液と混合し、該重合体粉体の表面近傍を架橋させるという方法である。

【0015】前記手順で得られた特定範囲の平均粒径を持ち、かつ、粒径分布の狭い重合体粉体を、架橋剤を含む特定組成の処理溶液と混合する場合には、混合時に塊が全く発生せず、該処理溶液が重合体粉体の表面に均一に分散すると共に、該重合体粉体の表面近傍へ適度に浸透して、均一で効率良く表面近傍を架橋できる。こうして、吸水倍率が高く、優れた吸水速度および吸引力を持

ち、かつ、水可溶成分の樹脂からの溶出量の非常に少ない、衛生材料として好適な吸水性樹脂が得られる。

【0016】本発明の吸水性樹脂の製造方法においては、まず、先述した水溶液重合によって得られた含水ゲル状重合体の含水率を、通常の熱風乾燥器、減圧乾燥器、流動床乾燥器等による乾燥で、10%未満としておくことが好ましく、7%未満としておくことがより好ましい。重合体の含水率が10%以上の場合には、重合体粉体を架橋剤や架橋剤を含む処理溶液と混合した場合、混合性が劣る他に、架橋剤が樹脂内部に過度に浸透して、得られる吸水性樹脂の吸水倍率が小さくなることがある。

【0017】本発明において用いることのできる架橋剤としては、重合体粉体の有する官能基と反応しうる官能基を2個以上有する化合物であれば特に制限はないが、好ましくは親水性、より好ましくは水溶性の化合物であり、たとえば、重合体粉体が官能基としてカルボキシル基および／またはカルボキシレート基を有する場合は、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ポリエチレングリコール、グリセリン、ポリグリセリン、プロピレングリコール、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、ポリオキシプロピレン、オキシエチレンオキシプロピレンブロック共重合体、ペンタエリスリトール、ソルビトール等の如き多価アルコール類；エチレングリコールジグリシジルエーテル、ポリエチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセロールポリグリシジルエーテル、ジグリセロールポリグリシジルエーテル、ポリグリセロールポリグリシジルエーテル、ソルビトールポリグリシジルエーテル、ペンタエリスリトールポリグリシジルエーテル、プロピレングリコールジグリシジルエーテル、ポリプロピレングリコールジグリシジルエーテル等の如き多価グリシジル化合物類；2, 2-ビスヒドロキシメチルブタノールトリス〔3-（1-アジリジン）プロピオネート〕、1, 6-ヘキサメチレンジエチレンウレア、ジフェニルメタン-ビス-4, 4'-N, N'-ジエチレンウレア等の如き多価アジリジン類；エピクロロヒドリン、 α -メチルクロロヒドリン等の如きハロエポキシ化合物類；グルタルアルデヒド、グリオキサル等の如き多価アルデヒド類；エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ペンタエチレンヘキサミン、ポリエチレンイミン等の如き多価アミン類；2, 4-トルイレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート等の如き多価イソシアネート類；塩化アルミニウム、塩化マグネシウム、塩化カルシウム、硫酸アルミニウム、硫酸マグネシウム、硫酸カルシウム等の如き多価金属塩類；等を例示することができる。特に好ましくは、多価アルコール、多価グリシジル化合物類、多価アミン類、多価金属塩類である。これらの架橋剤の使

用量は、重合体粉体に対して、0.005～20重量%、好ましくは0.005～5重量%、より好ましくは0.01～1重量%である。この量が0.005重量%未満の場合には表面処理効果が現れず、また、20重量%を超えて使用しても架橋剤の使用量に見合った効果は得られず、吸水倍率が著しく小さくなる場合がある。

【0018】本発明では、架橋剤を重合体粉体と混合する場合、水および親水性有機溶剤を含む処理溶液を用いるのが処理効果を高める上でより好ましい。この場合、処理溶液を構成する水の量は、重合体粉体に対して0.1～5重量%である。この量が0.1重量%未満の場合は、重合体粉体の表面近傍への架橋剤の適度な浸透が困難となり、表面架橋層が適度に形成されない。また、5重量%を超えると、過度に浸透して吸水倍率が著しく小さくなる場合がある。

【0019】処理溶液を構成する親水性有機溶剤としては、架橋剤を溶解させ、吸水性樹脂の性能に影響を及ぼさないものであれば特に制限されない。そのようなものとしては、たとえば、メチルアルコール、エチルアルコール、n-プロピルアルコール、iso-プロピルアルコール、n-ブチルアルコール、iso-ブチルアルコール、t-ブチルアルコール等の低級アルコール類；アセトン、メチルエチルケトン等のケトン類；ジオキサン、テトラヒドロフラン等のエーテル類；N、N-ジメチルホルムアミド等のアミド類；ジメチルスルホキシド等のスルホキシド類等を挙げることができる。該親水性有機溶剤の使用量は、重合体粉体に対して0.1～6重量%である。親水性有機溶剤の使用量が0.1重量%未満の場合は、重合体粉体と処理溶液との混合が不均一になる場合がある。また、6重量%を超える量を用いても使用量に見合った効果は得られず、コストの上昇を招くだけであり、工業的に好ましくない。親水性有機溶剤の種類にもよるが、親水性有機溶剤は、一般に、重合体粉体に対し、0.3～4重量%で用いることが好ましい。

【0020】本発明において、重合体粉体に、架橋剤を含む処理溶液を混合する方法としては、重合体粉体に該処理溶液を噴霧あるいは滴下・混合するのが一般的である。混合に使用する混合機としては、均一に混合するために混合力の大きいものが好ましいが、通常の混合機、捏和機を用いることができる。たとえば、円筒型混合機、二重円錐型混合機、V型混合機、リボン型混合機、スクリュウ型混合機、流動化型混合機、回転円板型混合機、気流型混合機、双腕型捏和機、インターナルミキサー、マラー型捏和機、ロールミキサー、スクリュウ型押出機等である。重合体粉体にこれらの架橋剤を含む処理溶液を混合して得られた混合物を加熱するには、通常の乾燥器や加熱炉を用いることができる。たとえば、溝型攪拌乾燥器、回転乾燥器、円盤乾燥器、捏和乾燥器、流動層乾燥器、気流乾燥器、赤外線乾燥器、誘電加熱乾燥器等である。加熱処理温度は、40～250℃、好まし

くは80～200℃の範囲である。

【0021】

【実施例】以下、実施例により本発明を詳細に説明するが、本発明の範囲は、これらの実施例にのみ限定されるものではない。また、実施例中に特に断りのない限り、%は重量%を、部は重量部を示すものとする。なお、吸水性樹脂の吸水性能は、以下に示す方法により測定した。

【0022】(1) 平均粒径および粒径分布

平均粒径は、JIS標準ふるい(20メッシュ、32メッシュ、48メッシュ、60メッシュ、100メッシュ、145メッシュ、200メッシュ、350メッシュ)を用いて重合体粉体を篩分級した後、残留百分率Rを対数確率紙にプロットし、R=50%に相当する粒径を平均粒径とした。

【0023】また、粒径分布は、その指標として、下記の式で表される対数標準偏差値 σ を用いた。ここでは、 σ の値が小さい程、粒径分布が狭いことを意味する。

$$\sigma = 1 / 2 \cdot \ln(x_2 / x_1)$$

(ここで、 x_1 はR=84.1%、 x_2 はR=15.9%のときのそれぞれの粒径を示す。)

(2) 吸水倍率

吸水性樹脂0.2gを不織布製のティーバッグ式袋(40mm×150mm)に均一に入れ、0.9重量%塩化ナトリウム水溶液に浸漬し、10分後と30分後に、このティーバッグ式袋を引き上げ、一定時間水切りした後、その重量を測定し、以下の式に従い吸水倍率を算出した。なお、ティーバッグ式袋のみを浸漬した場合の吸水重量をブランクとした。

【0024】吸水倍率(g/g) = (吸液後の重量 - ブランク) / 吸水性樹脂の重量

(3) 吸水速度

人工尿(尿素1.9重量%、塩化ナトリウム0.8重量%、塩化カルシウム0.1重量%、硫酸マグネシウム0.1重量%含有)20ml中に吸水性樹脂1.0gを加え、吸水性樹脂がすべての人工尿を吸収して膨潤ゲルの流動性がなくなるまでの時間を吸水速度とした。

【0025】(4) 吸引力

ティッシュペーパー(55mm×75mm)の上に上記人工尿20mlを加えることで人工尿を含んだ基材を作製し、この基材の上に、吸水性樹脂1.0gを置いた。10分後に膨潤ゲルを採取して、その重量を測定することにより、ティッシュペーパーからの液の吸引力とした。また、同時に、加えた吸水性樹脂のママコの有無を観察した。

【0026】(5) 樹脂表面から溶出する水可溶成分 不織布、綿状パルプ、吸水紙および防水フィルムからなる市販の子供用紙おむつ(重量72g)を半分に切り、ポリマー2.5gを綿状パルプと吸水紙の間に均一に散

布し、上記人工尿120mlを加えた後、37℃で16時間放置した。16時間後、ポリマー上部の綿状パルプのみを採取し、1000mlの純水でこのパルプに移行した水可溶成分を抽出し、濾紙で濾過した後、濾液中のポリマー分を酸-塩基滴定により測定することにより、吸水性樹脂に対する全溶出水可溶成分量(重量%)を求めた。

【0027】＜実施例1＞アクリル酸ナトリウム141g、アクリル酸36.1gおよびN,N'-メチレンビスアクリルアミド0.118gをイオン交換水329gに溶解し、過硫酸アンモニウム0.68gおよび亜硫酸水素ナトリウム0.025gを用い、窒素雰囲気中55～80℃で静置重合し、含水ゲル状重合体を得た。この含水ゲル状重合体を180℃の熱風乾燥機で乾燥後、ハンマー型粉碎機で粉碎し、28メッシュ金網を通過し60メッシュ金網を通過しない部分をとって、破碎状の重合体粉体〔A010〕を得た。

【0028】この重合体粉体〔A010〕100部にジ

エチレングリコール0.3部、水4部、イソプロパノール0.5部からなる処理溶液をパドル型混合機で混合した。混合時には、大きな塊が全く発生せず、混合物を20メッシュの金網(目開き840μm)に通したところ、すべての混合物が通過した。得られた混合物をパドルドライヤーで180℃、1時間加熱処理することにより吸水性樹脂〔A110〕を得た。得られた吸水性樹脂〔A110〕の諸物性については表1にまとめて示した。

【0029】＜比較例1＞実施例1において、28メッシュ金網を通過する部分のみを採り、比較用重合体粉体〔B04〕を得た。この比較用重合体粉体を実施例1と同様に表面架橋処理することにより、比較用吸水性樹脂〔B14〕を得た。

【0030】この比較用吸水性樹脂の吸水性能を前述の方法により測定した。その結果を表1に示す。

【0031】

【表1】

	得られた 吸水性樹脂	平均粒径 (μm)	粒径 分布 σ _g	塊の 量 (%)	吸水倍率 (g/g)		吸水 速度 (秒)	吸引 力 (g)	ママ コの 生成 ※	水可溶 成分 (%)
					10分	30分				
実施例 1	吸水性樹脂〔A110〕	280	0.16	0	43	62	38	17.8	◎	1.82
比較例 1	比較用吸水性樹脂〔B14〕	230	0.58	3.5	38	59	49	15.0	△	5.10

※：◎…ママコの生成全くなし。
△…ママコの生成ほとんどなし。
×…わずかにママコが生成。

【0032】

【発明の効果】本発明の製造方法により得られる吸水性樹脂は、特定範囲の平均粒径を持ち、かつ、その粒径分布も狭いものであり、高い吸水倍率、優れた吸水速度および吸引力を有し、かつ、樹脂内部に存在する水可溶成分の樹脂表面からの溶出が非常に少ない。そのため、衛

生材料として用いた場合、特に、液の拡散性や安全性に優れたものである。本発明の製造方法は、重合体粉体を表面架橋処理する際に多量の有機溶剤を必要としないため、経済的・工業的にも有利な方法であり、衛生剤材料、各種保水剤として安全性の高い優れた吸水性樹脂を製法的にも非常に有利な方法で得ることができる。

フロントページの続き

(72)発明者 難波 多加志
大阪府吹田市西御旅町5番8号 日本触媒
化学工業株式会社中央研究所内

(72)発明者 下村 忠生
大阪府吹田市西御旅町5番8号 日本触媒
化学工業株式会社中央研究所内